

# 原子荧光光度法测定纺织品中痕量铅

刘林林,尹昌龙,于钦帅,曹超\*

(青岛纺织服装材料检测中心有限公司,山东 青岛 266299)

**摘要:**铅是一种有蓄积性的有害元素,对人体健康有严重影响,被列为纺织品中的重要检测项目。对于纺织品中痕量铅的检测,试验方法是纺织品经微波消解后,用原子荧光光度计对其铅含量进行检测,样品做3个平行样,验证结果的重复性,分析原子荧光光度计的仪器检出限,确定此方法的检测低限,并对仪器精密度、准确度进行方法验证以此证明试验的准确性。结果表明:用原子荧光光度计测纺织品中的痕量铅,校准曲线在0~10 μg/L的范围内具有良好的线性关系,仪器检出限为0.31 ppb,独立结果的相对标准偏差为0.77%,方法精密度为1.85%,加标回收率为92.03%~101.96%。

**关键词:**纺织;铅含量;原子荧光光度计;准确度;检出限

**中图分类号:**O 657

**文献标志码:**A

**文章编号:**1673-0356(2022)03-0037-03

纺织品中的重金属对人体健康有潜在危害<sup>[1]</sup>。铅是一种可蓄积性的元素,对人体危害极大,随着物质生活水平的提高,纺织品中铅含量的检测受到了广泛关注<sup>[2-3]</sup>。目前,我国对纺织品中铅的检测标准是GB/T 30157—2013,该标准是用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)或原子吸收光谱法对铅含量进行检测。但是ICP-OES和原子吸收光谱法的检测限较高,精密度较差,不适合痕量铅的检测<sup>[4-5]</sup>。对于痕量铅的测试,目前较为普遍的仪器为ICP-MS<sup>[6]</sup>和石墨炉原子吸收光谱仪<sup>[7]</sup>,然而ICP-MS和石墨炉原子吸收光谱仪价格较为昂贵,不适合绝大多数用户使用。此外,X射线荧光光谱法<sup>[8]</sup>、分光光度法<sup>[9]</sup>也成为部分学者研究的重点,但是两种仪器均不能准确检测纺织品中的痕量铅。近年来新兴的氢化物发生原子荧光光度法凭借其检测限低、检测精密度及准确度高且价格便宜等优点成为各行业痕量元素分析所用仪器的首选<sup>[10-11]</sup>。

采用原子荧光光度法对纺织品中痕量铅进行检测,并计算仪器检出限确定检测低限,通过精密度、准确度分析证明方法的可行性。原子荧光光度计价格实惠,可广泛应用于纺织品中痕量元素的分析检测中。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器

PF3型原子荧光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司);WX-8000微波消解仪(上海屹尧仪器科技

发展有限公司);电子天平(精确至0.000 1 g)。

### 1.2 试剂

铁氰化钾(优级,天津市光复精细化工研究所);草酸(优级,天津市光复科技发展有限公司);盐酸(GR,36%~38%,国药集团化学试剂有限公司);硝酸(GR,65%~68%,常熟市支塘精细化工有限责任公司);过氧化氢(AR,30%,茂名市雄大化工有限公司);硼氢化钾(GR,天津市大茂化学试剂厂);氢氧化钾(GR,国药集团化学试剂有限公司);铅标准溶液(1 000 mg/L,坛墨质检科技股份有限公司);超纯水;载液(2%盐酸+0.4%草酸);还原剂(1.5%硼氢化钾+1%氢氧化钾+1%铁氰化钾)。

### 1.3 试验步骤

#### 1.3.1 试样消解

称取0.2 g(精确至0.000 1 g)左右样品,根据纤维特点加入硝酸或过氧化氢与硝酸混合酸于消解罐中,微波消解后,用2%盐酸与0.4%草酸混和液定容至50 ml,过滤,滤液待测。

#### 1.3.2 校准曲线配制

(1)标准储备液:从铅标准溶液中取100 μl,加入2 ml盐酸,用超纯水定容至100 ml,配置成1 000 μg/L的铅标准储备液。

(2)标准工作溶液:从标准储备液中分别移取200、400、600、800和1 000 μl置于100 ml容量瓶中,用载液定容至刻度线,配制成2、4、6、8和10 μg/L的标准工作溶液。

收稿日期:2021-11-01;修回日期:2021-11-26

第一作者:刘林林(1993—),女,工程师,硕士,主要研究方向为纺织品的检测,E-mail:624565040@qq.com。

\*通信作者:曹超(1986—),E-mail:jifacc@163.com。

### 1.4 分析测定

#### 1.4.1 仪器参数设置

打开原子荧光光度计,设置工作参数,预热 30 min 以上,方可进样,仪器工作参数见表 1。

表 1 AFS 工作参数

项 目	参 数
原子化温度/℃	200
载气流量/(ml·min <sup>-1</sup> )	300
样品进样量/ml	1.0
测量方法	标准曲线法
读数时间/s	15
负高压/V	280.00
屏蔽气流量/(ml·min <sup>-1</sup> )	600
进样方式	自动进样
读数方式	面积
空白判别值	5.0
通道灯电流/mA	40
第一次载液进样量/ml	1.0
第二次载液进样量/ml	1.2
延迟时间/s	6.0
测量模式	自动稀释

#### 1.4.2 结果计算

铅含量按公式(1)进行计算:

$$F = \frac{(C_i - C_0) \times f \times V}{m} \quad (1)$$

式中:  $F$  —— 样品铅含量,  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ;  $C_i$  —— 样液中铅的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;  $C_0$  —— 空白中铅的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;  $f$  —— 稀释因子;  $V$  —— 定容体积, ml;  $m$  —— 试样质量, g。

### 1.5 方法验证

#### 1.5.1 仪器检出限与精密度验证

以载液为空白,进样 11 次空白,读取 11 次空白的荧光值,计算荧光值的标准偏差  $SD$ ,三倍  $SD$  值对应的浓度即为仪器检出限。在相同的条件下,对  $5 \mu\text{g}/\text{L}$  的铅标液重复测试 7 次,计算相对标准偏差  $RSD$ , $RSD$  即为仪器精密度。 $RSD$ 、 $SD$  按公式(2)、(3)、(4)计算:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}} \quad (2)$$

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N} \quad (3)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (4)$$

式中:  $N$  —— 测试次数;  $X_i$  —— 第  $i$  次测得的荧

光值;  $\bar{X}$  —— 荧光值的平均值。

#### 1.5.2 准确度验证(加标回收率)

从  $100 \mu\text{g}/\text{L}$  的铅标液中移取适量,与样品同步试验,重复 6 次,计算加标回收率。加标回收率  $P$  按公式(5)计算:

$$P = \frac{(C_m - C_i)}{C_r} \times 100\% \quad (5)$$

式中:  $C_m$  —— 加标样品溶液里的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;  $C_i$  —— 样品溶液的本体浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;  $C_r$  —— 加标量,  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 校准曲线

图 1 为标准工作溶液的校准曲线图,如图 1 所示,校准曲线的线性相关系数  $R^2$  为 0.999 5,满足要求。

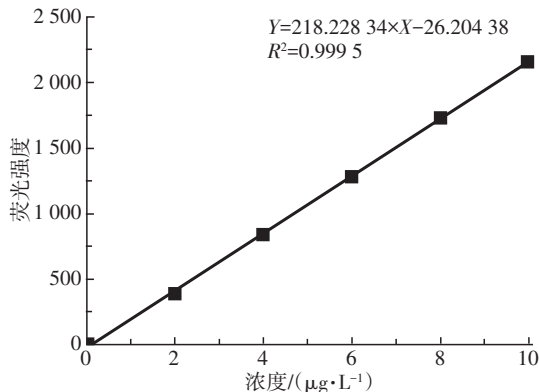


图 1 铅校准曲线

### 2.2 仪器检出限与精密度、准确度

对载液的荧光强度测试 11 次,计算仪器的检出限,检出限测试结果见表 2。表 3 是仪器的精密度分析结果,对  $5 \mu\text{g}/\text{L}$  的铅标准溶液测试 6 次,计算其相对标准偏差。样品进行 3 组平行样测试,计算独立结果的相对标准偏差,结果见表 4;根据样品测量结果,向样品中加入适量标液与样品同步试验,计算加标回收率,验证方法准确度,表 5 为样品的加标回收率结果。

由表 2 可知,用原子荧光光度计测纺织品中的铅,仪器检出限最低可以达到  $0.31 \text{ ppb}$ ,检测低限满足要求。由表 4 可知,三次独立测试结果的相对标准偏差为  $0.77\%$ ,由表 3、表 5 可知,精密密度为  $1.85\%$ ,加标回收率为  $92.03\% \sim 101.96\%$ 。一般认为,加标回收率的允许限为  $80\% \sim 120\%$ ,GB/T 30157—2013 中铅的检出限为  $2.5 \text{ ppm}$ ,精密密度为  $10\%$  以下,独立测试结果的相对标准偏差在  $10\%$  以下,因此,用原子荧光光度计测纺织品中

的铅,在检出限、精密性、加标回收率及结果的重复性方面均符合要求,均可证明此方法的可行性与准确性。原子荧光光度计检测限值更低,重复性更好,价格更便宜,在纺织品痕量铅的测试中,可广泛应用。

表2 仪器检出限

测试次数	荧光强度	SD	检出限/( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )
1	-102.84	13.99	0.31
2	-120.99		
3	-114.44		
4	-126.36		
5	-138.22		
6	-129.23		
7	-134.93		
8	-142.2		
9	-147.32		
10	-145.75		
11	-140.37		

表3 精密性分析

测试次数	浓度/( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )	RSD /%
1	5.108 9	1.85
2	5.210 4	
3	5.009 2	
4	5.209 8	
5	5.220 1	
6	5.033 6	

表4 样品测量

$m$	$C_i$	$C_0$	$V$	$F$	RSD /%	
0.202 1	3.587 3	0.000 0	50	887.5	885	0.77
0.199 6	3.553 0			890.3		
0.205 9	3.612 6			877.3		

表5 加标回收率

称样量 $m/g$	从100 $\mu\text{g/L}$ 铅中移取量 / $\mu\text{l}$	加标量 /( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )	本体浓度 /( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )	溶液浓度 /( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )	加标 回收率/%
0.176 6	500	1.0	3.125 8	4.075 7	94.99
0.215 7			3.817 9	4.773 1	95.52
0.214 3			3.793 1	4.772 6	97.95
0.216 0			3.823 2	4.842 8	101.96
0.205 3			3.633 8	4.648 4	101.46
0.204 2			3.614 3	4.605 1	99.08
0.222 1	750	1.5	3.931 2	5.3423	94.08
0.214 4			3.794 9	5.235 2	96.02
0.210 8			3.731 2	5.201 3	98.01
0.213 6			3.780 7	5.339 9	103.95
0.209 6			3.709 9	5.236 7	101.79
0.223 8			3.961 3	5.341 7	92.03
0.214 4	1 750	3.5	3.794 9	7.138 3	95.53
0.218 7			3.871 0	7.209 3	95.38
0.215 9			3.821 4	7.074 0	92.93
0.211 6			3.745 3	7.057 2	94.63
0.197 5			3.495 8	6.950 7	98.71
0.198 7			3.517 0	6.898 5	96.61

### 3 结 论

(1)用原子荧光光度计测纺织品中的痕量铅,校准曲线在0~10  $\mu\text{g/L}$ 的范围内具有良好的线性关系;

(2)用原子荧光光度计测纺织品中的痕量铅,仪器检出限为0.31 ppb;

(3)用原子荧光光度计测纺织品中的痕量铅,方法精密性为1.85%,加标回收率92.03%~101.96%,3组平行测试样的独立结果相对标准偏差为0.77%;

(4)原子荧光光度计凭借其低检测限值、高精密度与准确性及价格低廉等优点,可广泛应用到纺织品中痕量铅的检测领域。

### 参考文献:

- [1] ZEINER M, REZIC I, STEFFAN I. Analytical methods for the determination of heavy metals in the textile industry[J]. Kem. Ind., 2007,56(11):587-595.
- [2] 林圣光,谭玉静,赵海浪. ICP-OES法测定纺织品服装附件中铅元素总量[J]. 纺织检测与标准,2021(2):25-29.
- [3] 秦志钧,李燕颖,苏伟杰. 玩具涂层中可迁移元素及塑料总铅含量测定的前处理方法[J]. 质量与认证,2021(9):77-79.
- [4] 徐建云,周成风,陈美君. 不同前处理方法辅助 ICP-OES 测定纺织品中的重金属[J]. 印染,2017,43(21):43-47.
- [5] 庄健业. 火焰原子吸收法测定纺织品中总铅总镉[J]. 纺织检测与标准,2017,3(5):18-20.
- [6] 孟彩凤. ICP-MS 测试纺织品中总铅、总镉含量[J]. 中国纤检,2017(2):70-72.
- [7] 孟彩凤. 石墨炉原子吸收法测定纺织品中总铅总镉的方法探究[J]. 中国纤检,2021(3):67-69.
- [8] 何秋旻. 纺织品中重金属铅的分光光度法测定[J]. 纺织检测与标准,2016(5):7-9.
- [9] 胡勇杰,胡敏专,韩健健. 基于 XRF 法快速检测儿童纺织品中重金属质量分数的质量控制分析[J]. 印染助剂,2019,36(7):60-64.
- [10] 谢小雪,方迎春,刘龙刚. 氢化物发生原子荧光法测定砒山产地水果中砒含量[J]. 食品安全导刊,2021(25):94-95.
- [11] 张寒霜,韩晓晓,赵发,等. 氢化物原子荧光光谱法测定食用盐中铅[J]. 中国食品添加剂,2021,32(4):91-95.

(下转第 56 页)

## Integration Design of Xiang-chu Culture in National Tide Clothing

—Take Yueyang Area as an Example

CHAO Yingna<sup>1</sup>, XIANG Xiaotong<sup>2</sup>, ZHU Hongfeng<sup>2,\*</sup>

(1. Hunan Vocational College for Nationalities, Yueyang 414000, China;

2. Hunan Institute of Technology, Yueyang 414000, China)

**Abstract:** Focusing on the characteristics of Xiang-chu culture in Yueyang area, taking national tide clothing as the main research object, the innovative application of Xiang-chu culture in national tide clothing in terms of style, pattern, fabric and color were explored. The balance relationship between Xiang-chu culture and national tide clothing were studied. The research results of some Xiang-chu cultural elements in design and development of national tide fashion at this stage were showed.

**Key words:** Xiang-chu culture; national tide clothing; innovative integration design

(上接第 39 页)

## Determination of Trace Lead in Textiles by Atomic Fluorescence Spectrophotometry

LIU Linlin, YIN Changlong, YU Qinshuai, CAO Chao\*

(Qingdao Textile Testing Center Co., Ltd., Qingdao 266299, China)

**Abstract:** Lead is an accumulative element, which has a serious impact on human health and is listed as an important testing item in textiles. For the determination of trace lead in textiles, atomic fluorescence spectrophotometer was used to detect lead content of textiles after microwave digestion. Three parallel samples were taken to verify the repeatability of the results. The detection limit of atomic fluorescence spectrophotometer was analyzed to determine the detection lower limit, and the precision and accuracy of the instrument were verified to prove the accuracy of the experiment. The results showed that the calibration curves of trace lead in textiles were linear in the range of 0—10  $\mu\text{g/L}$  by atomic fluorescence spectrophotometer. The detection limit of the instrument was 0.31 ppb, the relative standard deviation of independent results was 0.77%, the precision of the method was 1.85%, and the recoveries were 92.03%—101.96%.

**Key words:** textile; lead content; atomic fluorescence spectrophotometer; accuracy; detection limit

(上接第 51 页)

## Survey on the Consumption Demand of Woolen Sweaters for the Elderly in China

WANG Xia, YIN Jun\*

(School of Fashion, Wuhan Textile University, Wuhan 430000, China)

**Abstract:** As there was no brand in the woolen sweater brand market that was deeply rooted in the hearts of the people, the research on the consumer demand for woolen sweater targeting the elderly over the age of 60 had been carried out. The purpose of the study was to understand the factors influencing the purchase of woolen sweaters by the elderly and their various needs for woolen sweaters. In the course of investigation and research, through questionnaire survey and SPSS analysis method, the consumption behavior and aesthetic preference of the elderly were analyzed. The consumption behavior of the elderly was affected by many factors, in order: economic factors, education level factors, gender consumption concept factors, clothing product satisfaction factors. Among them, economic factor was the most direct factor affecting consumption. The needs of the elderly for woolen sweater mainly included functional needs, aesthetic needs, emotional value needs and social identity needs. The related suggestion for the design and development of woolen sweaters for the elderly were proposed.

**Key words:** cardigan; elderly; consumer demand; design advice